

UNIVERSIDADE DE LISBOA
FACULDADE DE MEDICINA DENTÁRIA



**TESTE DE MICROTRAÇÃO EM ESMALTE DE UM SISTEMA ADESIVO
UNIVERSAL PELA TÉCNICA *ETCH-AND-RINSE* E *ETCH-AND-DRY***

Carolina Martins Santos Peneque

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

2014

UNIVERSIDADE DE LISBOA
FACULDADE DE MEDICINA DENTÁRIA



**TESTE DE MICROTRAÇÃO EM ESMALTE DE UM SISTEMA ADESIVO
UNIVERSAL PELA TÉCNICA *ETCH-AND-RINSE* E *ETCH-AND-DRY***

Carolina Martins Santos Peneque

Dissertação orientada pelo **Dr. Bernardo Romão de Sousa**

Co-orientada pela **Mestre Ana Pequeno**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

2014

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Dr. Bernardo Romão de Sousa, pelo apoio, incentivo, disponibilidade e competência em todas as fases que levaram à concretização deste trabalho. Em especial, por me ter feito acreditar quando a insatisfação, a inquietação e o desânimo tomavam conta de mim! Muito obrigada!

Ao Professor Doutor Alexandre Cavalheiro e à Dr.^a Catarina Coito, pela disponibilidade e prontidão na grande ajuda prestada durante toda a realização deste trabalho.

À Dr.^a Ana Pequeno, minha co-orientadora nesta tese, e também à Dr.^a Ana Luísa Silva, à Dr.^a Raquel Eira e às colegas do curso de pós-graduação em metodologias de ensino pelo auxílio na realização da fase laboratorial deste trabalho.

A todas as colegas que este ano realizaram tese com o departamento de Dentisteria, porque o todo é sempre maior que a soma das partes e, no nosso caso, a união fez a força.

À Rita Monteiro, à Edna Cascalheira, à Joana Taborda e à Sara Rodrigues pelos bons momentos e, em particular, à Nádia Oliveira, pela constância da sua amizade. Foram colegas de curso, serão amigas para a vida.

À Ana Filipa, à Daniela, à Clara e à Tânia, porque o tempo já provou que, mesmo longe, estão e estarão sempre comigo.

À minha mãe, pela confiança que sempre depositou no meu trabalho e pela disponibilidade para *adivinhar* as palavras que me iam faltando nos momentos em que me faltava o tempo.

Ao meu pai e ao meu avô, por toda a compreensão e amor incondicional que manifestaram.

À Tatas, ao meu tio e à Inês pela força do carinho com que me empurraram e pela valorização sempre pronta do meu trabalho.

RESUMO

Objetivo: Recorrendo ao teste de microtração, avaliar e comparar as forças adesivas em esmalte cortado de um sistema adesivo universal (Scotchbond Universal Adhesive, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) usado segundo as instruções do fabricante, nos modos *etch-and-rinse* e *etch-and-dry*. A hipótese nula testada é a de que não existem diferenças estatisticamente significativas nas forças de adesão ao esmalte cortado entre as duas estratégias de adesão propostas pelo fabricante para o mesmo adesivo universal.

Materiais e Métodos: Foi usada uma amostra de oito terceiros molares humanos. Cortaram-se as superfícies coronárias no sentido mesio-distal, de forma a obter dois segmentos de coroa por dente. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos por um dos grupos de teste, de acordo com a estratégia de adesão: SBU aplicado como *self-etch* de um passo (SBU SE); SBU aplicado como *etch-and-rinse* de dois passos (SBU TE). Nos segmentos de coroa do grupo SBU TE foi realizado condicionamento com ácido ortofosfórico a 32% (Scotchbond Universal Etchant, 3M ESPE, St Paul, MN), durante 15 segundos. Foram aplicados incrementos de compósito sobre as superfícies dentárias preparadas, até perfazer uma altura de aproximadamente 6 mm. Após 24h numa estufa de incubação a 37°, os dentes foram seccionados de forma a obter palitos com uma área de aproximadamente 1 mm². Os palitos foram submetidos a uma força de tração, a uma velocidade de 1 mm/minuto. A análise estatística foi realizada com o teste t para amostras independentes.

Resultados: As forças médias de resistência à microtração (em MPa) e desvios padrão em cada grupo foram: SBU TE = 22,8 (12,3); SBU SE = 14,3 (6,7). Verificaram-se diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ($p = 0,000$).

Conclusões: A hipótese nula foi rejeitada. O condicionamento ácido da superfície do esmalte cortado aumentou significativamente as forças de adesão produzidas pelo sistema adesivo Scotchbond Universal Adhesive.

Palavras-Chave: adesivos universais, adesivos de autocondicionamento, adesivos de condicionamento total, teste de microtração, esmalte.

ABSTRACT

Objective: To evaluate microtensile bond strength (μ TBS) to bur cut enamel of a new universal adhesive (SBU – Scotchbond Universal Adhesive, 3M ESPE, St Paul, MN) used according to the manufacturers' instructions, in the etch-and-rinse and etch-and-dry modes. The null hypothesis tested was that there were no differences in enamel microtensile bond strengths (μ TBS) among these two different adhesion strategies.

Materials and Methods: Eight human third molars were sectioned to obtain two enamel fragments. The enamel surfaces were roughened with a diamond bur in a standardized procedure. Teeth were randomly assigned to two groups, according to the adhesive strategy: SBU applied as one-step self-etch adhesive (SBU SE); SBU applied as two-step etch-and-rinse adhesive (SBU TE). The etched specimens were previously conditioned with 32% phosphoric acid (Scotchbond Universal Etchant, 3M ESPE, St Paul, MN), for 15 seconds. Composite resin blocks (ENAMEL plus HRI, Micerium S.p.A. Avegno GE Italy) of approximately 6 mm were then incrementally built up over the prepared tooth substrate. After 24h of water storage (37°), the bonded specimens were sectioned into beams with a cross sectional area of 1 mm² and tested under tension (1 mm/min). The data were analyzed with an independent-sample t test, when the assumption of normality was valid.

Results: The μ TBS (MPa) and standard deviations were: SBU TE = 22,8 (12,3); SBU SE = 14,3 (6,7). These values were statistically significantly different.

Conclusions: The null hypothesis was rejected. Preliminary etching of enamel significantly increased bond strength for the universal adhesive Scotchbond Universal Adhesive.

Keywords: universal adhesives, self-etching adhesives, etch-and-rinse adhesives, microtensile bond strength test, enamel.

ÍNDICE GERAL

AGRADECIMENTOS	i
RESUMO	iii
ABSTRACT	v
ÍNDICE GERAL	vii
ÍNDICE DE TABELAS	ix
ÍNDICE DE GRÁFICOS	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	ix
ÍNDICE DE ABREVIATURAS	xi
INTRODUÇÃO	1
1. Adesivos Amelodentinários	1
2. Classificação dos Sistemas Adesivos Dentários	1
2.1 Sistemas de Condicionamento Total ou <i>Etch-and-Rinse</i>	2
2.2 Sistemas de Auto-condicionamento ou <i>Self-Etch (Etch-and-Dry)</i>	3
3. Adesão ao Esmalte	4
4. Sistemas Adesivos Universais	6
OBJETIVOS	8
MATERIAIS E MÉTODOS	9
1. Materiais	9
2. Protocolo Experimental	9
2.1 Tipo de Estudo	9
2.2 Desenho do Estudo	9
2.3 Preparação dos Dentes	10

2.4 Distribuição e Preparação dos Segmentos de Coroa	10
2.5 Preparação dos Espécimes para o Teste de Microtração	12
2.6 Teste de Microtração	12
2.7 Análise Estatística	13
RESULTADOS	14
DISCUSSÃO	17
CONCLUSÃO	23
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	24
ANEXO A	I
ANEXO B	VI

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Fabricante, composição, lote e validade do sistema adesivo e compósito usados	9
Tabela 2. Média e desvio padrão das forças de resistência à microtração para cada grupo	14
Tabela 3. Distribuição percentual dos tipos de falha pelos grupos de teste	15

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1. Diagrama de extremos e quartis	14
Gráfico 2. Distribuição percentual dos tipos de falha pelos grupos de teste	15
Gráfico 3. Forças adesivas médias (MPa) por tipo de falha e grupo de teste	16
Gráfico 4. Percentagem de palitos descolados no grupo SBU TE	16
Gráfico 5. Percentagem de palitos descolados no grupo SBU SE	16

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Micrótomos de tecidos duros.....	I
Figura 2. Disco de diamante.....	I
Figura 3. Corte para remoção das raízes	I
Figura 4. Corte para obtenção de dois segmentos de coroa	I
Figura 5. Cola de cianoacrilato.....	II
Figura 6. Segmentos de coroa colados nos suportes de	II
Figura 7. Scotchbond Universal Adhesive e Scotchbond Universal.....	II
Figura 8. Aplicação de ácido ortofosfórico, durante 15 segundos	III
Figura 9. Lavagem do ácido com água	III
Figura 10. Aplicação do adesivo, friccionando durante 20 segundos	III
Figura 11. Jato de ar para permitir a evaporação do solvente	III
Figura 12. Fotopolimerização do adesivo durante 10 segundos	III
Figura 13. Fotopolimerizador e Radiômetro	III
Figura 14. Resina composta ENAMEL plus HRi	IV
Figura 15. Aplicação de três incrementos de 2 mm de resina composta	IV
Figura 16. Armazenamento em água numa estufa de incubação	IV

Figura 17. Secção dos dentes, nos eixos x e y	IV
Figura 18. Palitos ainda no suporte de acrílico	IV
Figura 19. Palitos com aproximadamente 1 mm ² de área	IV
Figura 20. Palitos colados nos Gig de Geraldeli com cola de cianoacrilato	V
Figura 21. Gig de Geraldeli na máquina de teste universal.....	V
Figura 22. Craveira digital	V
Figura 23. Microscópio ótico para observação da zona de fratura dos espécimes ...	V

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

% - percentagem

® - marca registada

4-META – 4metacriloiloxi-decil-trimelitato-anidro

10-MDP – 10-methacriloiloxi-decil-dihidrogénio-fosfato

Bis-GMA – bisfenol-A-glicidilmetacrilato

cm - centímetros

et al. – Et alli

ER – Etch-and-Rinse

SE – Self-Etch

HEMA – 2-hidroxietil metacrilato

mm - milímetros

mm/min – milímetros por minuto

mm² – milímetros quadrados

MPa – MegaPascal

nm - nanómetros

p – *p-value*

Fenil-P – 2-(methacryloyloxyethyl)phenyl hydrogenphosphate

SBU TE – Scotchbond Universal Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) aplicado no modo de condicionamento total (Total-Etch)

SBU SE – Scotchbond Universal Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) aplicado no modo de autocondicionamento (Self-Etch)

SPSS – Statistical Package for Social Sciences

µm – micrómetros

μ TBS – microtensile bond strength

mW/cm² - miliWatt por centímetro quadrado

pH – potencial de hidrogénio

INTRODUÇÃO

1. Adesivos Amelodentinários

Em 1955, Buonocore propôs a utilização de ácidos na superfície do esmalte, de forma a torná-la mais receptiva à adesão, criando microporosidades e, dessa forma, melhorando a união entre a estrutura dentária e resina acrílica (Buonocore, 1955; Swift *et al.*, 1995)

A adesão à estrutura dentária baseia-se, essencialmente, num processo de troca que envolve a substituição de componentes inorgânicos, que são removidos dos tecidos dentários duros, por monómeros de resina, que se infiltram e são polimerizados nas porosidades criadas, promovendo uma retenção micromecânica (Van Meerbeek *et al.*, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003b). Esta interligação entre estrutura dentária e resina adesiva é habitualmente designada por hibridização ou formação de uma camada híbrida - estrutura formada nos tecidos dentários duros (esmalte, dentina) pela desmineralização da superfície e subsuperfície, seguida pela infiltração e polimerização dos monómeros (Nakabayashi *et al.*, 1982; Nakabayashi e Pashley, 1998; Van Meerbeek *et al.*, 2005b)

2. Classificação dos Sistemas Adesivos Dentários

A classificação dos sistemas adesivos dentários atualmente mais aceite baseia-se na forma de interação do sistema adesivo com o substrato dentário e no número de passos de aplicação clínica desse sistema (Van Meerbeek *et al.*, 2001).

Assim, os adesivos podem ser classificados em sistemas *etch-and-rinse* ou de condicionamento total, *self-etch* (*etch-and-dry*) ou de autocondicionamento e ainda em adesivos de ionómero de vidro modificado por resina (Van Meerbeek *et al.*, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003b; Coelho *et al.*, 2012). Os adesivos de condicionamento total removem completamente a *smear layer* produzida durante a preparação da cavidade, enquanto os de autocondicionamento alteram e incorporam a *smear layer* no processo de adesão (Van Meerbeek *et al.*, 1998; Van Landuyt *et al.*, 2007). Os ionómeros de vidro têm propriedades auto-adesivas, devidas à formação de ligações iónicas entre os grupos carboxilo do ácido polialquenoico e a hidroxiapatite da estrutura dentária (Yoshida *et al.*, 2000).

Os sistemas de condicionamento total (*etch-and-rinse*) são comercializados em três ou dois passos, enquanto os de autocondicionamento (*etch-and-dry*) podem apresentar-se como sistemas de dois ou apenas um passo. Os adesivos *etch-and-rinse* de dois passos são também designados “*one-bottle*”, ao passo que os *self-etch* de um passo tomam a designação de “*all-in-one*” (Van Meerbeek *et al.*, 2003b; Cardoso *et al.*, 2011).

2.1. Sistemas de condicionamento total ou *etch-and-rinse*

Os adesivos *etch-and-rinse* caracterizam-se pela realização de um passo inicial de condicionamento da estrutura dentária com ácido, usualmente, um gel de ácido ortofosfórico, seguido de lavagem – este passo remove totalmente a *smear layer* e os *smear plugs* e desmineraliza os cristais de hidroxiapatite, expondo, na dentina, uma malha de colagénio até uma profundidade de 3 a 5 µm (Van Meerbeek *et al.*, 1998; Van Meerbeek *et al.*, 2003b; Perdigão, 2007; Cardoso *et al.*, 2011). Segue-se a aplicação de um *primer*, geralmente, uma solução que contém monómeros, tal como o HEMA, com dois grupos funcionais – um grupo hidrofílico, com afinidade para a superfície dentinária húmida e um grupo hidrofóbico que fornece locais de ligação para os monómeros de metacrilato da resina adesiva (Jacobsen e Soderholm, 1995; Swift, 2002; Cardoso *et al.*, 2011). Os monómeros do *primer* estão dissolvidos em solventes orgânicos como a acetona, o álcool e/ou a água (Van Landuyt *et al.*, 2007) que, pelas suas propriedades de volatilização, são capazes de remover a água residual da superfície dentária, preparando a rede de colagénio desmineralizada para receber a resina adesiva hidrofóbica (Nakabayashi *et al.*, 1982; Carvalho *et al.*, 2003). Finalmente, é aplicada a resina adesiva propriamente dita, que penetra na malha de colagénio e também nos túbulos dentinários, copolimerizando com o *primer* previamente aplicado, resultando na formação da camada híbrida que, em conjunto com a presença de *resin tags* (extensões de resina adesiva polimerizada no interior dos túbulos dentinários e nas porosidades criadas pelo condicionamento ácido), vai permitir a retenção micromecânica da restauração em compósito (Van Meerbeek *et al.*, 1993; Pashley *et al.*, 1995; Swift *et al.*, 1995; Cardoso *et al.*, 2011).

Os sistemas de condicionamento total de dois passos representam uma simplificação do sistema de três passos, aglutinando o *primer* e o adesivo numa só solução (Van Meerbeek *et al.*, 1999; Van Meerbeek *et al.*, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003b). Estes adesivos apresentam uma menor capacidade de infiltração do substrato

dentinário desmineralizado após condicionamento ácido (Finger e Balkenhol, 1999) e são, necessariamente, mais hidrofílicos, tornando-se, por isso, mais suscetíveis à degradação hidrolítica (De Munck *et al.*, 2003). Tendem a demonstrar, em estudos clínicos e laboratoriais, um desempenho inferior aos seus homólogos de três passos (van Dijken, 2000; Inoue *et al.*, 2001b; De Munck *et al.*, 2003) que permanecem como *gold standard* dos sistemas adesivos (Van Meerbeek *et al.*, 2005b).

2.2. Sistemas de auto-condicionamento ou *self-etch (etch-and-dry)*

Os sistemas *self-etch* contêm monómeros acídicos e, portanto, combinam no mesmo passo o condicionamento ácido da estrutura dentária e as funções do *primer*, caracterizando-se pela eliminação da fase de aplicação do ácido e lavagem, distintiva dos sistemas de condicionamento total (Van Meerbeek *et al.*, 2005b; Van Meerbeek *et al.*, 2011). Clinicamente, eliminando esta fase, diminui-se não só o tempo de aplicação, como também a sensibilidade da técnica, ou seja, o risco de cometer erros de manipulação, diminuindo a variabilidade intra e inter-operador (Van Meerbeek *et al.*, 2003b).

Nos sistemas de dois passos, à aplicação do *primer* acídico, segue-se uma camada de resina hidrofóbica (Van Meerbeek *et al.*, 2005b). Os sistemas de um passo, ou *all-in-one*, combinam numa única solução as funções do condicionamento ácido, do *primer* e do adesivo (Van Meerbeek *et al.*, 2005b).

Consoante o seu pH, a intensidade da desmineralização que produzem e as características da interface adesiva gerada, os adesivos *self-etch* podem ser subdivididos em quatro categorias: acidez ultra-suave ($\text{pH} > 2,5$), suave ($\text{pH} \approx 2$), moderada ($\text{pH} \approx 1,5$) e forte ($\text{pH} \leq 1$) (Van Meerbeek *et al.*, 2003b; Cardoso *et al.*, 2011; Van Meerbeek *et al.*, 2011). Os sistemas de acidez forte, proporcionam uma acentuada desmineralização, gerando uma interface adesiva que se assemelha à originada pela aplicação de ácido ortofosfórico nos sistemas *etch-and-rinse*. Por outro lado, os sistemas de acidez suave desmineralizam a dentina apenas parcialmente, deixando alguns cristais de hidroxiapatite em torno das fibras de colagénio, e produzem camadas híbridas de pequena extensão em que as *resin tags* dificilmente são observáveis (Cardoso *et al.*, 2011).

Os adesivos *self-etch* combinam retenção micromecânica e química; a primeira confere resistência a forças abruptas no sentido da separação das superfícies aderidas, e a segunda pode proporcionar maior resistência à degradação hidrolítica (De Munck *et al.*, 2005a). Estes sistemas contêm monómeros funcionais, tais como o 10-MDP, o 4-META e o fenil-P, com grupos fosfato ou carboxilo capazes de se ligarem quimicamente, por ligações iônicas, ao cálcio da hidroxiapatite (Yoshida *et al.*, 2000), o que parece conferir-lhes boas forças de adesão, mesmo na presença de camadas híbridas de pequena extensão ou ausência de formação de *resin tags* (Yoshiyama *et al.*, 1995; Inoue *et al.*, 2001b). Particularmente, o monómero fosfatado 10-MDP parece ser bastante eficaz, quer na formação de ligações químicas com o cálcio da hidroxiapatite, como em termos de estabilidade, em meio aquoso, das ligações formadas (Sano *et al.*, 1999; Yoshida *et al.*, 2004).

3. Adesão ao Esmalte

No fim da década de 1960, Gwinnett e Matsui (1967) e Buonocore *et al.* (1968) sugeriram que a formação de prolongamentos de resina (*resin tags*) seria a principal responsável pela adesão das resinas ao esmalte condicionado com ácido fosfórico (Gwinnett e Matsui, 1967; Buonocore *et al.*, 1968).

O condicionamento ácido do esmalte, para além de melhorar a molhabilidade e aumentar a área de superfície, remove cerca de 10 µm da superfície do esmalte e cria uma camada porosa com 5 a 50 µm de profundidade. Esta camada pode ser infiltrada por uma resina de baixa viscosidade, que flui, por um mecanismo de capilaridade, através das microporosidades e polimeriza *in situ*, envolvendo os cristais de apatite e, assim, formando uma união micromecânica com o esmalte (Gwinnett, 1971; Silverstone, 1974). Assim, dois tipos de prolongamentos de resina são formados no esmalte condicionado (Peumans *et al.*, 1999): as *macro tags*, que circundam a periferia dos prismas de esmalte, e as *micro tags*, que resultam da infiltração e polimerização da resina no interior dos núcleos dos prismas de esmalte condicionado (Van Meerbeek *et al.*, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003b), sendo que as *micro tags* parecem ser as principais responsáveis pela retenção ao esmalte (Van Meerbeek *et al.*, 2003b).

O intervalo de concentrações de ácido fosfórico entre 30 e 40% produz o padrão de condicionamento mais retentivo no esmalte (Silverstone, 1974; Simonsen, 2002).

Desde a década de 1980 até à atualidade, tem sido defendida a aplicação de ácido no esmalte durante 30 segundos (Mardaga e Shannon, 1982; Silverstone, 1984; Gilpatrick *et al.*, 1991). No entanto, alguns autores recomendam a redução deste tempo de condicionamento para 15 segundos, quando é utilizada uma concentração de ácido fosfórico entre 32 e 40% (Barkmeier *et al.*, 1986), uma vez que a rugosidade de superfície, as forças de adesão e as taxas de microinfiltração são idênticas às obtidas com tempos de aplicação superiores (Brannstrom *et al.*, 1982; Barkmeier *et al.*, 1986; Barkmeier *et al.*, 1987).

A maior parte dos fabricantes de sistemas adesivos, recomenda o condicionamento durante 15 segundos, já que, dessa forma, se poupa tempo clínico, sem comprometer a adesão. Além do mais, na presença de preparações dentárias que envolvam, para além de esmalte, dentina, os 15 segundos de condicionamento ácido não deverão mesmo ser excedidos na dentina (Lopes *et al.*, 2002). Assim, apesar de se considerar que um período de condicionamento de 15 segundos é adequado para criar um padrão de desmineralização sem comprometer as forças de adesão em esmalte cortado (Brannstrom e Nordenvall, 1977; Beech e Jalaly, 1980; Barkmeier *et al.*, 1986; Gilpatrick *et al.*, 1991), na presença de esmalte intacto, uma abordagem diferente poderá ser mais indicada.

Em pacientes jovens, está presente uma camada de aproximadamente 30 μ m de esmalte aprismático que recobre toda a coroa dentária (Nanci, 2008). Apesar desta camada aprismática ser perdida com o passar do tempo, os tecidos dentários duros tornam-se mais mineralizados com a exposição ao ambiente da cavidade oral, o que faz com que a camada externa de esmalte, em comparação com a região mais interior, se torne hipermineralizada (Kanemura *et al.*, 1999). Estas duas características podem resultar em padrões de desmineralização menos homogêneos (Barkmeier *et al.*, 1986), que podem comprometer a qualidade da adesão. Desta forma, em esmalte intacto, a aplicação de ácido durante 15 segundos parece ser insuficiente, sendo mais recomendável realizar o condicionamento durante 30 segundos (Gondo *et al.*, 2003).

A remoção da camada superficial de esmalte aprismático e hipermineralizado, por desgaste da superfície (Kanemura *et al.*, 1999), ou a aplicação prévia de ácido ortofosfórico, especialmente quando adesão vai ser realizada em esmalte não cortado

(Kanemura *et al.*, 1999; Pashley e Tay, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003a), aumentam a eficácia dos adesivos de autocondicionamento no esmalte.

A adesão ao esmalte condicionado com ácido é uma técnica comprovadamente eficaz, com sucesso clínico a longo prazo na prevenção da microinfiltração e na retenção dos materiais restauradores (Latta e Barkmeier, 1998). Contudo, a adesão de resinas compostas à dentina é um procedimento muito mais complexo e menos previsível (Ibarra *et al.*, 2002; Swift, 2002; Cardoso *et al.*, 2011). Assim, a investigação e desenvolvimento de novos sistemas adesivos têm centrado esforços na superação das dificuldades de adesão à dentina. Contudo, o lançamento dos adesivos *self-etch* fez ressurgir a necessidade de analisar a adesão ao esmalte (Coelho *et al.*, 2012), uma vez que a capacidade de condicionamento e criação de microporosidades na superfície do esmalte é menos previsível com estes sistemas de autocondicionamento que com a tradicional aplicação de ácido ortofosfórico (Ferrari *et al.*, 1997). De facto, a utilização de adesivos *self-etch* de acidez suave parece ser a abordagem mais promissora em termos de adesão à dentina. Não obstante, estes sistemas não se afiguram como a estratégia mais adequada para a obtenção da desejável retenção micromecânica a nível do esmalte (Van Meerbeek *et al.*, 2011).

4. Sistemas Adesivos Universais

A mais recente introdução no mercado dos sistemas adesivos amelodentinários são os designados adesivos universais ou adesivos multi-modo. Estes são sistemas que, segundo os fabricantes, estão indicados não só para estabelecer adesão à estrutura dentária, como aos diversos materiais de restauração (compósito, metal, cerâmica feldspática ou reforçada) (Arantes e Oliveira e Chasqueira, 2013). Os adesivos universais são sistemas que quimicamente se assemelham aos adesivos *self-etch*, mas que também podem ser utilizados após condicionamento da estrutura dentária com ácido fosfórico, ou seja, num modo de condicionamento total (*etch-and-rinse*) (Powers, 2013). Assim, estes novos sistemas permitem que o médico dentista decida que estratégia de adesão usar, recorrendo a uma das versões simplificadas dos sistemas previamente existentes: *etch-and-rinse* de dois passos ou *etch-and-dry* de um passo (Perdigão *et al.*, 2013a). Assim, com estes sistemas será possível optar pela aplicação num modo de condicionamento total, autocondicionamento ou condicionamento

seletivo do esmalte (Perdigão *et al.*, 2012b; Mena-Serrano *et al.*, 2013). De facto, os fabricantes destes novos sistemas multi-modo alegam ser possível, com um único material e sem prejuízo das forças adesivas, ir ao encontro da estratégia mais conveniente às características das preparações dentárias realizadas, considerando as especificidades e diferenças na adesão a dois substratos tão díspares como o esmalte e a dentina (Hanabusa *et al.*, 2012).

Contudo, atualmente, a literatura sobre o desempenho laboratorial e clínico dos sistemas adesivos universais ainda é escassa, particularmente no que se refere à sua utilização em esmalte, sendo necessária mais investigação que valide a eficácia da utilização destes sistemas, segundo os diferentes modos de aplicação propostos pelos fabricantes.

Objetivos

O objetivo deste estudo é, recorrendo ao teste de microtração, avaliar e comparar as forças adesivas em esmalte de um sistema adesivo universal (Scotchbond Universal Adhesive, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) usado, segundo as instruções do fabricante, nos modos *etch-and-rinse* e *etch-and-dry*. A hipótese nula testada é a de que não existem diferenças estatisticamente significativas nas forças de adesão ao esmalte entre as duas estratégias de adesão propostas pelo fabricante para o mesmo adesivo universal.

MATERIAIS E MÉTODOS

1. Materiais

Material	Fabricante	Composição	Lote e Validade
Scotchbond Universal Adhesive	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	10-MDP, resinas de dimetacrilato, HEMA, copolímero de ácido polialquenoico modificado por metacrilato, partículas de carga, álcool, água, iniciadores, silano.	Lote: 540368 Validade: 2015/12
Scotchbond Universal Etchant		Ácido fosfórico a 32%, água, sílica amorfa sintética, polietilenoglicol, óxido de alumínio.	Lote: 537103 Validade: 2015/11
Compósito ENAMEL plus HRi	Micerium S.p.A. Avegno (GE) Italy	Dimetacrilatos, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, óxidos mistos, pré-polímeros, aditivos, catalisadores estabilizadores, pigmentos.	Lote: 2012000921 Validade: 2018/06

Tabela 1. Fabricante, composição, lote e validade do sistema adesivo e compósito usados.

2. Protocolo Experimental

2.1 Tipo de Estudo

Estudo experimental *in vitro*, do efeito das técnicas *etch-and-rinse* e *etch-and-dry* de um adesivo universal nas forças de adesão ao esmalte, medidas por testes de microtração.

2.2 Desenho do Estudo

Foi usada uma amostra composta por oito terceiros molares humanos, divididos em dois grupos, cada um com quatro dentes. Foram utilizados dentes sem restaurações ou evidência macroscópica de lesões de cárie. Os dentes foram limpos de tecidos aderentes e sangue em água corrente e armazenados numa solução de Cloramina T a 0,5% (Sigma Chemical Co., St Louis, MO, USA), durante uma semana. Posteriormente, os dentes foram colocados em água destilada e armazenados a uma temperatura de 4°C

por um período máximo total de 3 meses após a extração, de acordo com as normas ISO/TR 11405 (ISO/TS 11405:2003).

2.3 Preparação dos Dentes

Os dentes foram unidos a suportes acrílicos com cera colante, paralelamente ao seu maior eixo. Cortaram-se as raízes 2 mm abaixo da junção amelo-cementária com um disco de diamante (Diamond Wafering Blade – 10,2cm*0,3mm – Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), num micrótomo de tecidos duros (Isomet 1000 Precision Saw, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), a baixa rotação e sob refrigeração com água. Após a remoção das raízes, o tecido pulpar foi removido da câmara com uma cureta de dentina e as coroas foram coladas, pela face pulpar, com cera colante aos suportes de acrílico. Com a mesma lâmina, cortaram-se as superfícies coronárias do dente no sentido mesio-distal, de forma a obter dois segmentos de coroa por dente. Cada segmento de coroa foi colado, pela superfície de corte pulpar axial, aos suportes acrílicos com cola de cianoacrilato (737 Black Magic Toughened Adhesive, Permabond, Hampshire, UK). A área de adesão foi demarcada na zona mais plana de cada secção dentária, tendo sido desprezadas as áreas do terço oclusal da superfície vestibular e lingual, devido à sua inclinação. A área de adesão foi preparada com broca diamantada montada em turbina, durante 5 segundos, sob refrigeração com água, sendo este último procedimento sempre efetuado pelo mesmo operador.

2.4 Distribuição e Preparação dos Segmentos de Coroa

Os segmentos de coroa foram mantidos em água destilada, no máximo durante 24h, até à aplicação do sistema adesivo. Cada segmento de coroa foi aleatoriamente distribuído por um dos grupos de teste. O procedimento de aplicação do sistema adesivo foi executado sempre pelo mesmo operador em sequência aleatória, da seguinte forma:

Grupo SBU TE – Scotchbond Universal segundo instruções do fabricante – Técnica *Etch-and-Rinse*.

1. A superfície dentária foi seca com jato de ar, sem dessecar.
2. Foi aplicado o gel de condicionamento com 32% de ácido fosfórico (Scotchbond Universal Etchant) sobre o substrato dentário (esmalte), deixando atuar durante

- 15 segundos. Em seguida, a superfície dentária foi lavada com água e seca com jato de ar, sem dissecar.
3. Utilizando o aplicador descartável, o adesivo foi aplicado em todo o substrato dentário (esmalte), friccionando durante aproximadamente 20 segundos.
 4. Em seguida, aplicou-se um jato de ar leve sobre o líquido, até que este deixasse de evidenciar movimento, de modo a permitir a completa evaporação do solvente. O jato de ar foi inicialmente aplicado a baixa pressão e a uma distância de 10 cm, tendo a pressão sido aumentada, à medida que se diminuiu a distância, até perto de 1-2 mm da superfície.
 5. O adesivo foi polimerizado, durante 10 segundos, a uma distância de 1-2 mm da superfície, com um fotopolimerizador LED (Elipar S10, 3M ESPE Seefeld, Alemanha).

Grupo SBU SE – Scotchbond Universal segundo instruções do fabricante – Técnica *Etch-and-Dry*.

1. A superfície dentária foi seca com jato de ar, sem dessecar.
2. Utilizando o aplicador descartável, o adesivo foi aplicado em todo o substrato dentário (esmalte), friccionando durante aproximadamente 20 segundos.
3. Em seguida, aplicou-se um jato de ar leve sobre o líquido, até que este deixasse de evidenciar movimento, de modo a permitir a completa evaporação do solvente. O jato de ar foi inicialmente aplicado a baixa pressão e a uma distância de 10 cm, tendo a pressão sido aumentada, à medida que se diminuiu a distância, até perto de 1-2 mm da superfície.
4. O adesivo foi polimerizado, durante 10 segundos, a uma distância de 1-2 mm da superfície, com um fotopolimerizador LED (Elipar S10, 3M ESPE Seefeld, Alemanha).

De seguida, foi aplicada resina composta ENAMEL plus HRi (Micerium S.p.A. Avegno GE Italy), cor UD4, em camadas de aproximadamente 2 mm fotopolimerizadas entre si durante 20 segundos, segundo indicações do fabricante, até perfazer uma altura de aproximadamente 6 mm. Foi realizada polimerização adicional das faces mesial, distal, vestibular e lingual por mais 10 segundos cada. A fotopolimerização da resina foi realizada com um fotopolimerizador LED (ELIPAR S10, 3M ESPE Seefeld, Germany), a cerca de 1-2 mm da superfície da resina composta. A intensidade da luz foi controlada

periodicamente para um mínimo de 600 mW/cm^2 , com um radiómetro (Curing Radiometer P/N 10503, USA).

2.5 Preparação dos Espécimes para o Teste de Microtração

Os dentes e incrementos de resina composta foram pintados exteriormente com tinta à prova de água e armazenados em água destilada numa estufa de incubação a 37° , durante 24h. Posteriormente, os dentes foram seccionados, nos eixos x e y, utilizando um disco de diamante (Diamond Wafering Blade – $10,2\text{cm} \times 0,3\text{mm}$ – Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), a baixa rotação e sob refrigeração, num micrótomo de tecidos duros (IsometTM, Buehler Ltd. Ltd., Lake Buff, IL, EUA), de forma a obter palitos com uma área de aproximadamente 1 mm^2 . Foi efetuado um último corte, tangencial à cola de cianoacrilato, para separar os palitos do suporte acrílico. Registaram-se os palitos descolados, ou seja, aqueles que se separam na camada adesiva durante os cortes. Os palitos foram mantidos em água destilada, por um período máximo de 24 horas, até à realização do teste de microtração.

2.6 Teste de Microtração

Os palitos foram colados individualmente num Gig de Geraldeli com cola de cianoacrilato (737 Black Magic Toughened adhesive, Permabond, Hampshire, UK). De seguida, foram submetidos a uma força de tração, numa máquina de teste universal (Instron, 4500), a uma velocidade de 1 mm/minuto , até ocorrer fratura. Mediu-se a secção de cada espécime com uma craveira digital (Ficher Darex[®], France) e calculou-se a área em mm^2 . A zona de fratura foi observada, sempre pelo mesmo operador, ao microscópio ótico (Nikon, Japan) com uma ampliação de 10X, para se caracterizar a fratura ocorrida (coesiva, adesiva ou mista). Quando a fratura ocorreu na interface esmalte-resina, a falha foi denominada adesiva (A). Falhas no seio da estrutura dentária, em esmalte, dentina ou na união amelo-dentinária, foram designadas coesivas de esmalte ou dentina (CED). Falhas ocorridas na resina composta tomaram a designação de coesivas de compósito (CC). Por último, falhas que atingissem tanto a interface adesiva, como a estrutura dentária ou a resina, foram classificadas como mistas (M).

2.7 Análise Estatística

A análise estatística foi realizada através do programa de *software* SPSS 19.0 para Windows (SPSS Inc, Chicago IL, USA).

Para verificar a existência de diferenças estatisticamente significativas entre os dois grupos analisados, foi utilizado o teste t para amostras independentes para um grau de confiança de 95%. Foram usados os testes Kolmogorov-Smirnov e Shapiro-Wilk para verificar a suposição da normalidade dos dados da amostra. A homogeneidade da variância foi analisada pelo teste de Levene.

Os palitos descolados não foram incluídos na análise estatística (Pashley *et al.*, 1999; Reis *et al.*, 2003).

RESULTADOS

Um total de 150 palitos foi submetido ao teste de microtração. Os valores médios obtidos no teste de microtração (MPa) são mostrados na tabela 2, assim como os valores de desvio padrão. O número de palitos descolados (não submetidos ao teste de microtração) em cada grupo é também apresentado na tabela. O grupo em que o sistema adesivo Scotchbond Universal foi usado pela estratégia *etch-and-dry* (SBU SE) demonstrou forças de adesão significativamente menores ($p = 0,000$) que o grupo em que o mesmo adesivo foi usado com condicionamento ácido prévio (SBU TE).

ESTRATÉGIA DE ADESÃO	MÉDIA (MPa)	DESVIO PADRÃO	n	DESCOLADOS
Etch-and-Rinse (SBU TE)	22,8	$\pm 12,3$	82	4
Etch-and-Dry (SBU SE)	14,3	$\pm 6,7$	68	16

Tabela 2. Média e desvio padrão das forças de resistência à microtração para cada grupo.

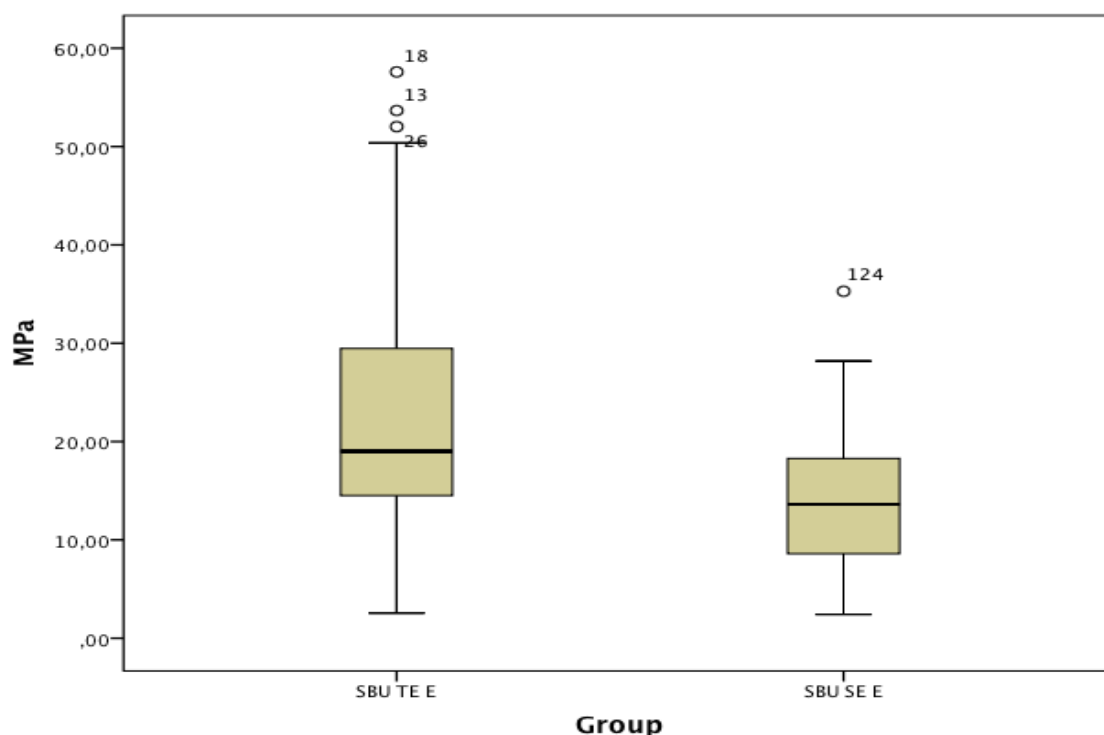


Gráfico 1. Diagrama de extremos e quartis das forças de resistência à microtração (MPa) dos dois grupos testados.

Na tabela 3 e no gráfico 2 é apresentada a distribuição percentual dos tipos de falha pelos grupos de teste.

	TIPO DE FALHA			
	A	M	CED	CC
<i>Etch-and-Rinse</i> (SBU TE)	21%	43%	29%	7%
<i>Etch-and-Dry</i> (SBU SE)	37%	52%	7%	4%

Tabela 3. Distribuição percentual dos tipos de falha pelos grupos de teste. A – falha adesiva; M – falha mista; CED – falha coesiva em esmalte ou dentina; C – falha coesiva em compósito.

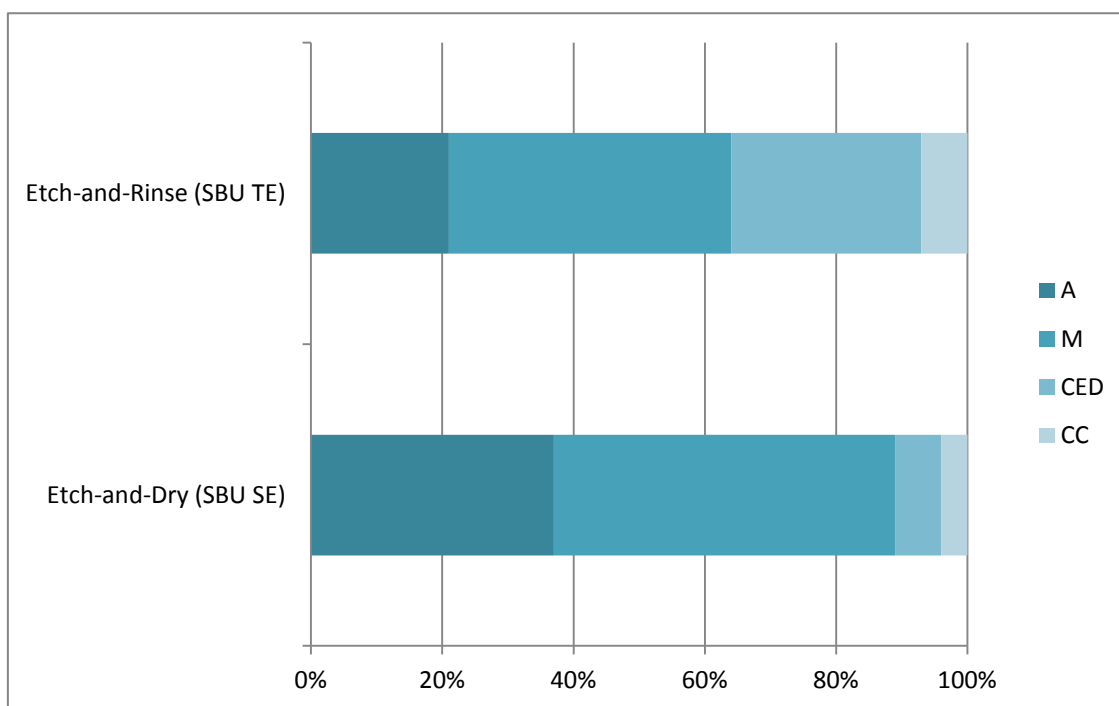


Gráfico 2. Distribuição percentual dos tipos de falha pelos grupos de teste. A – falha adesiva; M – falha mista; CED – falha coesiva em esmalte ou dentina; C – falha coesiva em compósito.

No gráfico 3 são apresentadas as forças médias de resistência adesiva por cada tipo de falha nos dois grupos em teste.

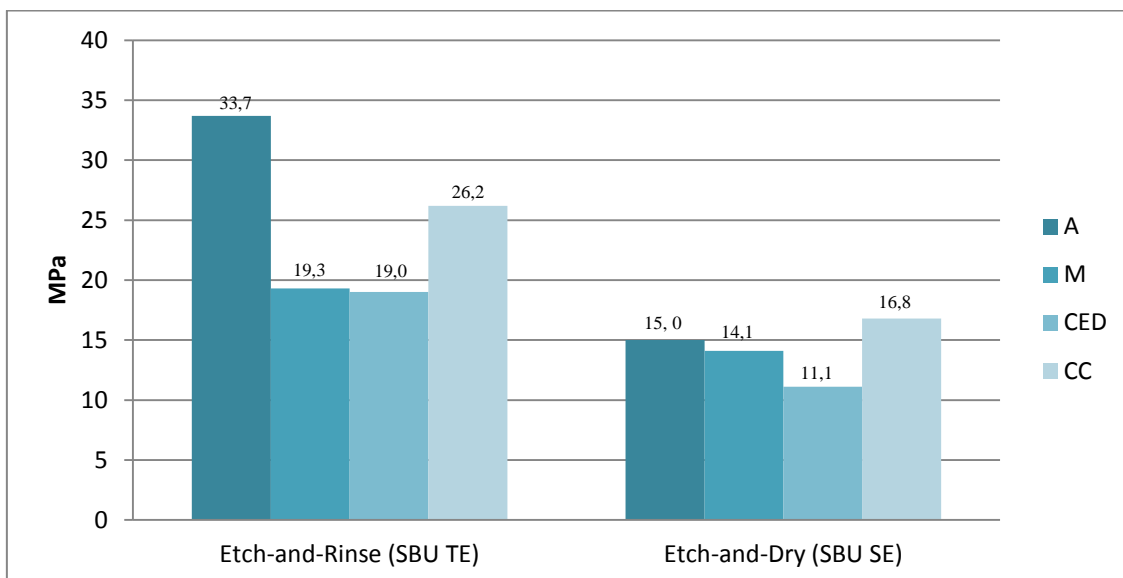


Gráfico 3. Forças adesivas médias (MPa) por tipo de falha e grupo de teste. A – falha adesiva; M – falha mista; CED – falha coesiva em esmalte ou dentina; C – falha coesiva em compósito.

Considerando um número total de palitos em que se incluíram, não só os palitos submetidos ao teste de microtração, mas também os palitos descolados (que não foram incluídos na análise estatística), os gráficos 4 e 5 apresentam a percentagem de palitos descolados em cada grupo.

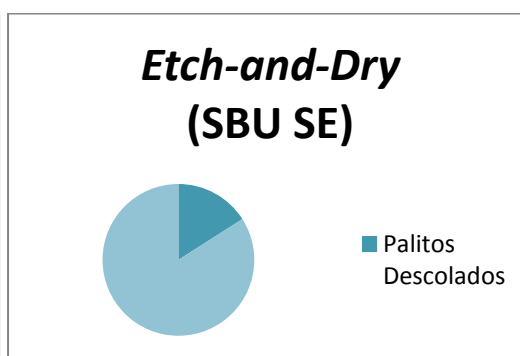
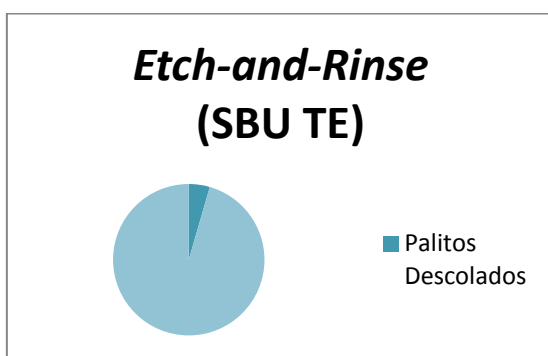


Gráfico 4. Percentagem de palitos descolados no grupo SBU TE.

Gráfico 5. Percentagem de palitos descolados no grupo SBU SE.

DISCUSSÃO

O desenvolvimento da dentisteria adesiva tem centrado esforços na simplificação das técnicas de adesão, nomeadamente, na redução dos passos de aplicação clínica dos sistemas adesivos e na diminuição da sensibilidade da técnica da sua utilização (Cardoso *et al.*, 2011).

O constante desenvolvimento de novos sistemas adesivos com a promessa de aperfeiçoamentos relativamente aos seus antecessores, leva a que novos produtos sejam constantemente lançados no mercado. Contudo, este rápido desenvolvimento de novos materiais, muitas vezes não viabiliza o intervalo de tempo necessário para que a sua eficácia possa ser, como é desejável, validada em ensaios clínicos adequados (Perdigão *et al.*, 2014). Assim, os testes *in vitro* assumem um papel relevante e devem ser considerados como meios de triagem que permitem fazer conjecturas relativamente ao desempenho clínico dos novos adesivos amelodentinários (Perdigão e Geraldini, 2003). São também um primeiro passo de análise dos novos produtos, que permite obter dados laboratoriais comparáveis com outros materiais já extensivamente testados e comprovados.

Nos últimos anos, o teste de microtração, introduzido por Sano *et al.* em 1994, tem sido considerado um método preciso para a avaliação das forças adesivas da interface entre dois materiais e tem vindo a ser usado por um número crescente de investigadores (Sano *et al.*, 1994; Pashley *et al.*, 1999). De entre as várias metodologias propostas na literatura para a execução do teste de microtração, optou-se pela utilização de espécimes em forma de palito com uma área de aproximadamente 1 mm², uma vez que este formato e tamanho parecem ser os mais adequados para a mensuração das forças de resistência à microtração de espécimes em esmalte (Goracci *et al.*, 2004).

No presente trabalho, compararam-se as forças de adesão produzidas em esmalte por um sistema adesivo universal (Scotchbond Universal Adhesive, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) usado no modo *etch-and-dry* de um passo e *etch-and-rinse* de dois passos. O adesivo Scotchbond Universal é um adesivo de acidez ultra-suave (pH=2,7) e contém na sua formulação o monómero 10-MDP e ainda copolímero de VitrebondTM. Contrariamente às recomendações de outros fabricantes de adesivos *self-etch* de acidez ultra-suave, as instruções do Scotchbond Universal advogam a sua utilização no modo *etch-and-rinse* ou *etch-and-dry*, quer em esmalte, quer em dentina.

A aplicação do Scotchbond Universal foi realizada com fricção sobre a superfície do esmalte durante 20 segundos. Este período e forma de aplicação do adesivo sobre a superfície dentária promovem um contacto mais próximo entre as moléculas de 10-MDP e a hidroxiapatite, visto que este procedimento facilita a evaporação do solvente (Yoshihara *et al.*, 2011a).

Os resultados do teste de microtração revelaram forças de adesão médias de 22,8 ($\pm 12,3$) MPa, quando o sistema adesivo Scotchbond Universal foi usado pela estratégia *etch-and-rinse*, e 14,3 ($\pm 6,7$) MPa, quando utilizado no modo *etch-and-dry*. A análise estatística dos resultados permite rejeitar a hipótese nula e afirmar que as forças de adesão em esmalte do adesivo testado parecem ser significativamente aumentadas pelo condicionamento prévio da superfície do esmalte com ácido ortofosfórico a 32%. Assim, os resultados deste trabalho estão em conformidade com vários estudos disponíveis na literatura (Kanemura *et al.*, 1999; Torii *et al.*, 2002; Van Landuyt *et al.*, 2006a; Van Landuyt *et al.*, 2006b; Watanabe *et al.*, 2008; Erickson *et al.*, 2009a; Erickson *et al.*, 2009b; Perdigão *et al.*, 2009; Taschner *et al.*, 2010; Fujita *et al.*, 2011; Devarasa *et al.*, 2012; Li *et al.*, 2013) que atestam a eficácia do condicionamento da superfície do esmalte com ácido ortofosfórico antes da aplicação de adesivos pela técnica *self-etch*.

A análise do padrão de fratura dos espécimes submetidos ao teste de microtração no presente trabalho laboratorial revela que, apesar das falhas mistas (M) predominarem em ambos os grupos em teste, o grupo em que as forças adesão médias foram mais baixas (SBU SE) foi também aquele em que se verificaram mais falhas adesivas (A). No grupo em que se verificaram maiores forças de adesão (SBU TE) houve maior prevalência de falhas coesivas em esmalte ou dentina (CED). De facto, a literatura menciona que, quando o modo de falha mais prevalente é do tipo adesivo (A), as forças de adesão são geralmente mais baixas, enquanto que falhas coesivas estão normalmente associadas a maiores forças de adesão (Pereira *et al.*, 1999; Sevgican *et al.*, 2004), o que está de acordo com os resultados obtidos no presente estudo.

A literatura refere que quando as forças adesivas são relativamente baixas (5 a 7 MPa), podem ocorrer fraturas prematuras, na interface entre a resina composta e o esmalte, durante a preparação dos espécimes (Pashley *et al.*, 1999), situação que se verifica em vários outros estudos que utilizam o teste de microtração para a avaliação

das forças adesivas (Ferrari *et al.*, 2002; Senawongse *et al.*, 2004; Sadek *et al.*, 2005). No decorrer do procedimento de corte dos palitos, a maioria das falhas prematuras, registadas como palitos descolados, ocorreu na amostra em que o sistema adesivo tinha sido aplicado segundo a estratégia *etch-and-dry* (SBU SE), que foi também aquela em que se verificaram forças adesivas médias inferiores, sugerindo um desempenho mais inconsistente do adesivo utilizado segundo este protocolo.

No presente trabalho, os palitos que fraturaram prematuramente não foram incluídos na análise estatística. Sabe-se que quando os cálculos são feitos apenas com base nos espécimes que sobrevivem ao processo de corte, os valores das forças adesivas são sobrestimados. Contudo, se for atribuído um valor de zero MPa aos palitos descolados, vai ocorrer o inverso e serão calculadas forças de adesão médias inferiores às reais, uma vez que, mesmo a ocorrência de uma falha pré-teste, não inviabiliza a existência prévia de alguma força de adesão na interface (Pashley *et al.*, 1999; Reis *et al.*, 2003; Goracci *et al.*, 2005; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Como consequência de variações no substrato dentário, no tipo de compósito usado, no tamanho e geometria dos espécimes e nos protocolos aplicados, uma comparação direta entre os resultados obtidos com testes de microtração por diferentes autores nem sempre é possível (Cardoso *et al.*, 1998; Phrukkanon *et al.*, 1998; El Zohairy *et al.*, 2004; De Munck *et al.*, 2005a). Assim, os resultados deste tipo de trabalho experimental são válidos, principalmente, para comparar e classificar os adesivos de acordo com as forças de adesão calculadas por cada estudo em particular (De Munck *et al.*, 2005a). Uma revisão recente da literatura sobre testes de resistência adesiva menciona mesmo a existência de um coeficiente de variação de cerca de 20 a 50% entre os resultados de estudos semelhantes de diferentes autores (Scherrer *et al.*, 2010). De facto, as forças adesivas médias calculadas no presente trabalho, pelas duas estratégias de adesão testadas, são muito inferiores às obtidas por outros investigadores que testaram o sistema adesivo Scotchbond Universal (Perdigão *et al.*, 2012a; de Goes *et al.*, 2014). Contudo, estes trabalhos também concluíram que o condicionamento do esmalte com ácido antes da aplicação deste sistema adesivo é desejável e aumenta significativamente as forças de adesão neste substrato.

De facto, apesar da crescente popularidade que os adesivos *self-etch* de um passo têm vindo a ganhar entre os clínicos, vários estudos *in vitro* referem baixas forças de

adesão entre resina e esmalte, com a utilização destes sistemas *all-in-one* (Tay *et al.*, 2002; Van Meerbeek *et al.*, 2003b; Goracci *et al.*, 2004; De Munck *et al.*, 2005b). Assim, o condicionamento com ácido fosfórico continua a ser considerado a técnica *gold standard* com a qual todos os novos materiais são comparados (Perdigão *et al.*, 2005).

As forças adesivas em esmalte produzidas pelos primeiros sistemas adesivos *self-etch* eram menores que as produzidas por sistemas que fizessem uso de um passo prévio de condicionamento da superfície do esmalte com ácido ortofosfórico (Perdigão e Geraldini, 2003). Uma vez que apresentam um pH mais elevado, os sistemas *self-etch* produzem uma menor desmineralização da superfície do esmalte do que a gerada pela aplicação de ácido (Pashley e Tay, 2001; Perdigão e Geraldini, 2003). Assim, a insuficiente capacidade de desmineralização de alguns sistemas *etch-and-dry* pode levar a uma deficiente penetração da resina adesiva nas irregularidades produzidas por este tipo de adesivos, levando à formação de *resin tags* mais curtas e estruturalmente menos definidas (Kanemura *et al.*, 1999), potencialmente comprometendo a adesão ao esmalte (Mine *et al.*, 2010).

O facto de a adesão ao esmalte ser fundamentalmente micromecânica, obtida pela formação de prolongamentos de resina nas porosidades criadas pelo condicionamento ácido (Buonocore *et al.*, 1968; Hannig *et al.*, 2002), leva a crer que a extensão, profundidade e padrão de condicionamento produzidos pelos adesivos *self-etch*, terão influência no seu desempenho na adesão a este tecido (Rotta *et al.*, 2007). No entanto, diversos trabalhos relatam a ausência de relação entre profundidade e padrão de desmineralização e as forças adesivas produzidas por adesivos *self-etch* em esmalte (Perdigão *et al.*, 1997; Inoue *et al.*, 2001a; Ibarra *et al.*, 2002; Sevgican *et al.*, 2004; Tay *et al.*, 2004; Reis *et al.*, 2009). Isto significa que outros fatores, para além do padrão de desmineralização, poderão desempenhar um papel importante nos valores das forças de adesão a esmalte dos adesivos *self-etch*. De facto, nos adesivos *etch-and-rinse*, as forças de adesão resultam da formação da camada híbrida e de *resin tags*, ou seja, a adesão é sobretudo micromecânica (Pashley *et al.*, 1995). Contudo, em sistemas *self-etch* recentes, a interação química com o substrato parece desempenhar um papel mais importante na adesão à estrutura dentária (Yoshihara *et al.*, 2010; Yoshihara *et al.*, 2011b).

Segundo o conceito de adesão-descalcificação, proposto por Yoshida *et al.* (Yoshida *et al.*, 2001), o monômero funcional 10-MDP, mas também o polímero de ácido polialquenoico (copolímero de VitrebondTM), ambos componentes do Scotchbond Universal, têm capacidade de se ligar quimicamente ao cálcio da hidroxiapatite (Yoshida *et al.*, 2000; Perdigão *et al.*, 2013b). No caso do ácido polialquenoico, os grupos carboxilo podem, numa reação ácido-base, substituir os íons fosfato do substrato e formar ligações iônicas com o cálcio da hidroxiapatite (Yoshida *et al.*, 2000; Li *et al.*, 2013). O monômero 10-MDP, através dos seus grupos fosfato, liga-se ao cálcio da hidroxiapatite, formando uma estrutura em camadas regulares na sua superfície, num processo designado *nanolayering* (Yoshida *et al.*, 2004). Assim, os sistemas adesivos que contêm 10-MDP formam nanocamadas na interface adesiva, nas quais os íons de cálcio, libertados pela dissolução parcial da hidroxiapatite, se ligam ao 10-MDP, formando uma estrutura de Ca-10-MDP estável e hidrofóbica (Van Landuyt *et al.*, 2006a; Yoshida *et al.*, 2012). Yoshiara *et al.*, verificou que a formação de nanocamadas é mais perceptível em dentina que em esmalte (Yoshihara *et al.*, 2011a). Estes autores sugerem que a estrutura e o tamanho dos cristais de hidroxiapatite possam ter alguma interferência com a ligação química ao 10-MDP, já que na dentina, onde a formação de nanocamadas é mais evidente, os cristais são consideravelmente mais pequenos que no esmalte.

Considerando os resultados obtidos no presente trabalho, apesar de a interação química com a hidroxiapatite possibilitada pelo 10-MDP e pelo copolímero de VitrebondTM, poder desempenhar algum papel nas forças de adesão promovidas por este sistema adesivo em esmalte, esta interação não parece ser suficiente para alcançar o mesmo desempenho conseguido com a prévia aplicação de ácido. O desempenho do Scotchbond Universal após aplicação de ácido ortofosfórico a 32% na superfície do esmalte foi significativamente superior, produzindo forças de adesão cerca de 59% maiores que com a estratégia *etch-and-dry*. De facto, a aplicação de ácido ortofosfórico aumenta a área superficial e a molhabilidade do esmalte (Tsujimoto *et al.*, 2010), promovendo a retenção micromecânica (Kanemura *et al.*, 1999; Torii *et al.*, 2002; Van Landuyt *et al.*, 2006a; Van Landuyt *et al.*, 2006b; Watanabe *et al.*, 2008; Erickson *et al.*, 2009a; Erickson *et al.*, 2009b; Perdigão *et al.*, 2009; Taschner *et al.*, 2010; Fujita *et al.*, 2011; Devarasa *et al.*, 2012; Li *et al.*, 2013). Assim, poderá considerar-se que a retenção

micromecânica parece desempenhar um papel fundamental e mais importante nas forças de adesão do Scotchbond Universal ao esmalte.

O condicionamento ácido, antes da aplicação de adesivos *self-etch* de acidez suave, promove uma melhor integridade marginal das restaurações, como demonstrado por diversos estudos clínicos e laboratoriais (Kanemura *et al.*, 1999; Van Meerbeek *et al.*, 2005a; Van Landuyt *et al.*, 2006b; Peumans *et al.*, 2007; Watanabe *et al.*, 2008; Erickson *et al.*, 2009a; Erickson *et al.*, 2009b; Perdigão *et al.*, 2009; Peumans *et al.*, 2010; Taschner *et al.*, 2010; Devarasa *et al.*, 2012).

O presente trabalho não tinha como objetivo correlacionar os valores das forças de adesão com a morfologia ultraestrutural da interface esmalte-adesivo obtida com o sistema adesivo universal testado. Contudo, teria sido interessante verificar a possível existência de alguma discrepância, já verificada em estudos prévios (de Goes *et al.*, 2014), entre os padrões de condicionamento, a profundidade da desmineralização e infiltração do Scotchbond Universal, quando usado no modo *etch-and-dry*, comparativamente com modo *etch-and-rinse*.

De igual modo, o efeito do envelhecimento da camada adesiva destes novos adesivos universais sobre as características da adesão obtida aos tecidos dentários é um campo de estudo muito relevante e complementar do trabalho aqui apresentado.

Uma vez que muitas das variáveis encontradas em meio clínico não podem ser reproduzidas num estudo *in vitro*, não é possível fazer inferências diretas da informação assim obtida para uma situação clínica. Contudo, deve ser enfatizado, que a realização de ensaios clínicos será a forma mais fidedigna de avaliar o desempenho a longo prazo destes novos sistemas adesivos (De Munck *et al.*, 2005b).

CONCLUSÃO

Com base nos resultados do presente estudo, pode concluir-se que o desempenho, em esmalte, do sistema adesivo universal testado (Scotchbond Universal Adhesive, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) parece ser melhorado pelo condicionamento prévio da superfície com ácido ortofosfórico a 32%. Deste modo, a aplicação deste sistema segundo a estratégia *etch-and-rinse* de dois passos parece ser a mais adequada em esmalte.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Arantes e Oliveira S, Chasqueira F (2013). Atualidades em Adesivos Dentários - Artigo de Revisão. Revista da Ordem dos Médicos Dentistas I(Número 19):12-18.
- Barkmeier WW, Shaffer SE, Gwinnett AJ (1986). Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. Operative dentistry 11(3):111-116.
- Barkmeier WW, Gwinnett AJ, Shaffer SE (1987). Effects of reduced acid concentration and etching time on bond strength and enamel morphology. Journal of clinical orthodontics : JCO 21(6):395-398.
- Beech DR, Jalaly T (1980). Bonding of polymers to enamel: influence of deposits formed during etching, etching time and period of water immersion. Journal of dental research 59(7):1156-1162.
- Brannstrom M, Nordenvall KJ (1977). The effect of acid etching on enamel, dentin, and the inner surface of the resin restoration: a scanning electron microscopic investigation. Journal of dental research 56(8):917-923.
- Brannstrom M, Malmgren O, Nordenvall KJ (1982). Etching of young permanent teeth with an acid gel. American journal of orthodontics 82(5):379-383.
- Buonocore MG (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. Journal of dental research 34(6):849-853.
- Buonocore MG, Matsui A, Gwinnett AJ (1968). Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. Archives of oral biology 13(1):61-70.
- Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J et al. (2011). Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. Australian dental journal 56 Suppl 1(31-44).
- Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR (1998). Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 14(6):394-398.

Carvalho RM, Mendonca JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FC, Tay FR et al. (2003). Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. *Journal of dental research* 82(8):597-601.

Coelho A, Canta JP, Martins JNR, Oliveira SA, Marques P (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários – revisão da literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial* 53(1):39-46.

de Goes MF, Shinohara MS, Freitas MS (2014). Performance of a New One-step Multi-mode Adhesive on Etched vs Non-etched Enamel on Bond Strength and Interfacial Morphology. *The journal of adhesive dentistry* 16(3):243-250.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K et al. (2003). Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *Journal of dental research* 82(2):136-140.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M et al. (2005a). A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *Journal of dental research* 84(2):118-132.

De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P et al. (2005b). One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Operative dentistry* 30(1):39-49.

Devarasa GM, Subba Reddy VV, Chaitra NL, Swarna YM (2012). Self-etching adhesive on intact enamel, with and without pre-etching. *Microscopy research and technique* 75(5):650-654.

El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ (2004). The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *Journal of dental research* 83(5):420-424.

Erickson RL, Barkmeier WW, Kimmes NS (2009a). Bond strength of self-etch adhesives to pre-etched enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 25(10):1187-1194.

Erickson RL, Barkmeier WW, Latta MA (2009b). The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 25(11):1459-1467.

Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Davidson CL (1997). Effect of two etching times on the sealing ability of Clearfil Liner Bond 2 in Class V restorations. *American journal of dentistry* 10(2):66-70.

Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C (2002). Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *European journal of oral sciences* 110(5):385-391.

Finger WJ, Balkenhol M (1999). Practitioner variability effects on dentin bonding with an acetone-based one-bottle adhesive. *The journal of adhesive dentistry* 1(4):311-314.

Fujita K, Ma S, Aida M, Maeda T, Ikemi T, Hirata M et al. (2011). Effect of reacted acidic monomer with calcium on bonding performance. *Journal of dental research* 90(5):607-612.

Gilpatrick RO, Ross JA, Simonsen RJ (1991). Resin-to-enamel bond strengths with various etching times. *Quintessence international* 22(1):47-49.

Gondo R, Lopes G, Monteiro S (2003). Microtensile bond strength of resin to enamel: effect of enamel surface preparation and acid etching time. *Journal of dental research* 82(190).

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M (2004). Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 20(7):643-654.

Goracci C, Sadek FT, Fabianelli A, Tay FR, Ferrari M (2005). Evaluation of the adhesion of fiber posts to intraradicular dentin. *Operative dentistry* 30(5):627-635.

Gwinnett AJ, Matsui A (1967). A study of enamel adhesives. The physical relationship between enamel and adhesive. *Archives of oral biology* 12(12):1615-1620.

Gwinnett AJ (1971). Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Archives of oral biology* 16(7):731-738.

Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B et al. (2012). Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *Journal of dentistry* 40(6):475-484.

Hannig M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W (2002). Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *European journal of oral sciences* 110(6):464-470.

Ibarra G, Vargas MA, Armstrong SR, Cobbb DS (2002). Microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground and unground enamel. *The journal of adhesive dentistry* 4(2):115-124.

Inoue H, Inoue S, Uno S, Takahashi A, Koase K, Sano H (2001a). Microtensile bond strength of two single-step adhesive systems to bur-prepared dentin. *The journal of adhesive dentistry* 3(2):129-136.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G et al. (2001b). Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *The journal of adhesive dentistry* 3(3):237-245.

Jacobsen T, Soderholm KJ (1995). Some effects of water on dentin bonding. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 11(2):132-136.

Kanemura N, Sano H, Tagami J (1999). Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *Journal of dentistry* 27(7):523-530.

Latta MA, Barkmeier WW (1998). Dental adhesives in contemporary restorative dentistry. *Dental clinics of North America* 42(4):567-577.

Li N, Nikaido T, Alireza S, Takagaki T, Chen JH, Tagami J (2013). Phosphoric acid-etching promotes bond strength and formation of acid-base resistant zone on enamel. *Operative dentistry* 38(1):82-90.

Lopes GC, Baratieri LN, de Andrada MA, Vieira LC (2002). Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence international* 33(3):213-224.

Mardaga WJ, Shannon IL (1982). Decreasing the depth of etch for direct bonding in orthodontics. *Journal of clinical orthodontics* : JCO 16(2):130-132.

Mena-Serrano A, Kose C, De Paula EA, Tay LY, Reis A, Loguercio AD et al. (2013). A new universal simplified adhesive: 6-month clinical evaluation. *Journal of esthetic and restorative dentistry* : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al] 25(1):55-69.

Mine A, De Munck J, Vivan Cardoso M, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T et al. (2010). Enamel-smear compromises bonding by mild self-etch adhesives. *Journal of dental research* 89(12):1505-1509.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of biomedical materials research* 16(3):265-273.

Nakabayashi N, Pashley DH (1998). *Hybridization of Dental Hard Tissues*: Quintessence Publishing Company.

Nanci A (2008). *Ten Cate's Oral Histology: Development, Structure, and Function*: Mosby Elsevier.

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM (1995). Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Archives of oral biology* 40(12):1109-1118.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y et al. (1999). The microtensile bond test: a review. *The journal of adhesive dentistry* 1(4):299-309.

Pashley DH, Tay FR (2001). Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 17(5):430-444.

Perdigão J, Lopes L, Lambrechts P, Leitaó J, Van Meerbeek B, Vanherle G (1997). Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *American journal of dentistry* 10(3):141-146.

Perdigão J, Geraldini S (2003). Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry* [et al] 15(1):32-41; discussion 42.

Perdigão J, Gomes G, Duarte S, Jr., Lopes MM (2005). Enamel bond strengths of pairs of adhesives from the same manufacturer. *Operative dentistry* 30(4):492-499.

Perdigão J (2007). New developments in dental adhesion. *Dental clinics of North America* 51(2):333-357, viii.

Perdigão J, Monteiro P, Gomes G (2009). In vitro enamel sealing of self-etch adhesives. *Quintessence international* 40(3):225-233.

Perdigão J, Sezinando A, Monteiro P (2012a). Evaluation of a new universal adhesive using different bonding strategies [Abstract 18]. *Journal of dental research*.

Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC (2012b). Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *American journal of dentistry* 25(3):153-158.

Perdigão J, Muñoz M, Sezinando A, Luque-Martinez I, Staichak R, Reis A et al. (2013a). Immediate Adhesive Properties to Dentin and Enamel of a Universal Adhesive Associated With a Hydrophobic Resin Coat. *Operative dentistry*.

Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC (2013b). Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding. *Operative dentistry* 38(3):267-274.

Perdigão J, Kose C, Mena-Serrano AP, De Paula EA, Tay LY, Reis A et al. (2014). A new universal simplified adhesive: 18-month clinical evaluation. *Operative dentistry* 39(2):113-127.

Pereira PN, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J (1999). Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 15(1):46-53.

Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G (1999). Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 15(2):105-119.

Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2007). Five-year clinical effectiveness of a two-step self-etching adhesive. *The journal of adhesive dentistry* 9(1):7-10.

Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2010). Eight-year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 26(12):1176-1184.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ (1998). The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 14(3):212-221.

Powers JM (2013). Commentary: a new universal simplified adhesive: 6-month clinical evaluation. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]* 25(1):70-71.

Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RH (2003). Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *The journal of adhesive dentistry* 5(3):183-192.

Reis A, Moura K, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, de Andrade AM, Loguercio AD (2009). Durability of enamel bonding using one-step self-etch systems on ground and unground enamel. *Operative dentistry* 34(2):181-191.

Rotta M, Bresciani P, Moura SK, Grande RH, Hilgert LA, Baratieri LN et al. (2007). Effects of phosphoric acid pretreatment and substitution of bonding resin on bonding effectiveness of self-etching systems to enamel. *The journal of adhesive dentistry* 9(6):537-545.

Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE (2005). The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 21(12):1144-1149.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R et al. (1994). Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 10(4):236-240.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J et al. (1999). Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *Journal of dental research* 78(4):906-911.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials 26(2):e78-93.

Senawongse P, Sattabanasuk V, Shimada Y, Otsuki M, Tagami J (2004). Bond strengths of current adhesive systems on intact and ground enamel. *Journal of esthetic and restorative dentistry* : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al] 16(2):107-115; discussion 116.

Sevgican F, Inoue S, Koase K, Kawamoto C, Ikeda T, Sano H (2004). Bond strength of simplified-step adhesives to enamel prepared with two different diamond burs. *Australian dental journal* 49(3):141-145.

Silverstone LM (1974). Fissure sealants. Laboratory studies. *Caries research* 8(1):2-26.

Silverstone LM (1984). State of the art on sealant research and priorities for further research. *Journal of dental education* 48(2 Suppl):107-118.

Simonsen RJ (2002). Pit and fissure sealant: review of the literature. *Pediatric dentistry* 24(5):393-414.

Standardization IOF (2003). ISO/TR 11405 Dental Materials - Testing of adhesion to tooth structure. Geneva, Switzerland: WHO, pp. 1-16.

Swift EJ, Jr., Perdigao J, Heymann HO (1995). Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence international* 26(2):95-110.

Swift EJ, Jr. (2002). Dentin/enamel adhesives: review of the literature. *Pediatric dentistry* 24(5):456-461.

Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Kramer N, Di Lenarda R et al. (2010). Role of preliminary etching for one-step self-etch adhesives. *European journal of oral sciences* 118(5):517-524.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A (2002). Single-step adhesives are permeable membranes. *Journal of dentistry* 30(7-8):371-382.

Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SC et al. (2004). Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. *Operative dentistry* 29(3):309-316.

Torii Y, Ito K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K (2002). Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *American journal of dentistry* 15(5):305-308.

Tsujimoto A, Iwasa M, Shimamura Y, Murayama R, Takamizawa T, Miyazaki M (2010). Enamel bonding of single-step self-etch adhesives: influence of surface energy characteristics. *Journal of dentistry* 38(2):123-130.

van Dijken JW (2000). Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 16(4):285-291.

Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2006a). Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *Journal of dentistry* 34(1):77-85.

Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2006b). Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 22(6):533-544.

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A et al. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 28(26):3757-3785.

Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, VanHerle G (1993). Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *Journal of dental research* 72(2):495-501.

Van Meerbeek B, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G (1998). The clinical performance of adhesives. *Journal of dentistry* 26(1):1-20.

Van Meerbeek B, Yoshida Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G et al. (1999). Hybridization effectiveness of a two-step versus a three-step smear layer removing adhesive system examined correlatively by TEM and AFM. *The journal of adhesive dentistry* 1(1):7-23.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P et al. (2001). Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Operative dentistry*:119-144.

Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P (2003a). Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Operative dentistry* 28(5):647-660.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P et al. (2003b). Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative dentistry* 28(3):215-235.

Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Peumans M (2005a). A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric-acid etching of enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 21(4):375-383.

Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P et al. (2005b). Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dental materials journal* 24(1):1-13.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A et al. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 26(2):e100-121.

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL (2011). State of the art of self-etch adhesives. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 27(1):17-28.

Watanabe T, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S et al. (2008). Effect of prior acid etching on bonding durability of single-step adhesives. Operative dentistry 33(4):426-433.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P et al. (2000). Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. Journal of dental research 79(2):709-714.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y et al. (2001). Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. Journal of dental research 80(6):1565-1569.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H et al. (2004). Comparative study on adhesive performance of functional monomers. Journal of dental research 83(6):454-458.

Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T et al. (2012). Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. Journal of dental research 91(4):376-381.

Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A et al. (2010). Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. Acta biomaterialia 6(9):3573-3582.

Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Irie M, Ogawa T et al. (2011a). Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. Acta biomaterialia 7(8):3187-3195.

Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Torii Y, Osaka A et al. (2011b). Self-etch monomer-calcium salt deposition on dentin. *Journal of dental research* 90(5):602-606.

Yoshiyama M, Carvalho R, Sano H, Horner J, Brewer PD, Pashley DH (1995). Interfacial morphology and strength of bonds made to superficial versus deep dentin. *American journal of dentistry* 8(6):297-302.

ANEXO A – FOTOTOGRAFIAS DE MATERIAIS E DO PROTOCOLO EXPERIMENTAL

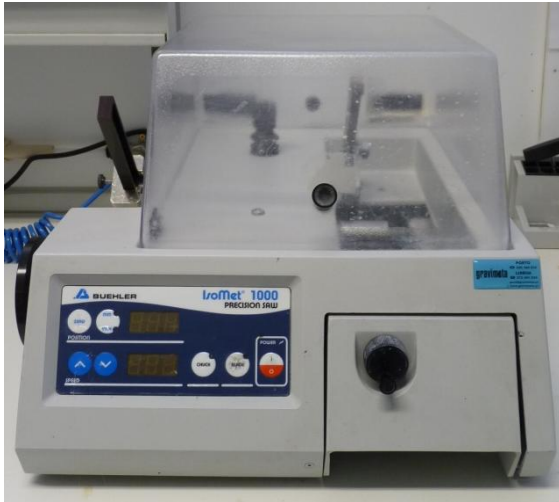


Figura 1. Micrótopo de tecidos duros (Isomet 1000 Precision Saw, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA).



Figura 2. Disco de diamante (Diamond Wafering Blade – 10,2cm*0,3mm – Series 15 HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA).

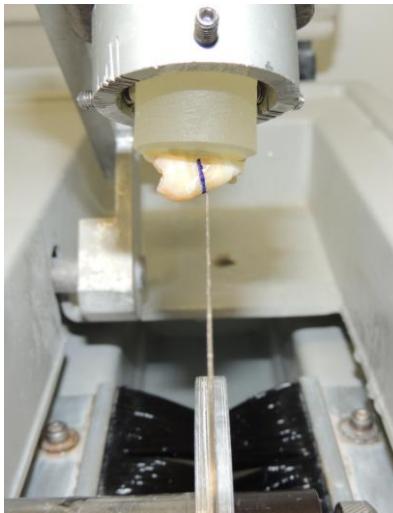


Figura 3. Corte para remoção das raízes.

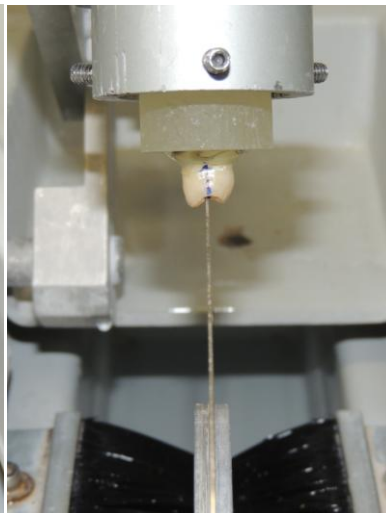


Figura 4. Corte no sentido mesio-distal para obtenção de dois segmentos de coroa.



Figura 5. Cola de cianoacrilato (737 Black Magic Toughened Adhesive, PermaBond, Hampshire, UK).

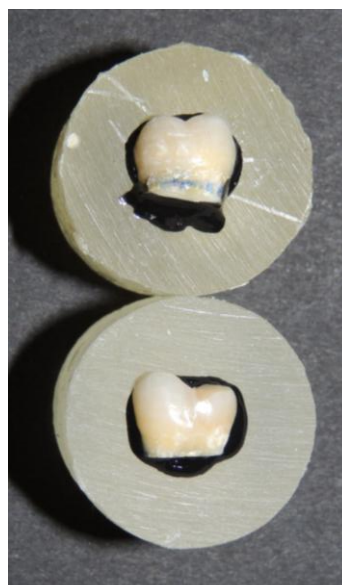


Figura 6. Segmentos de coroa colados nos suportes de acrílico com cola de cianoacrilato.



Figura 7. Scotchbond Universal Adhesive e Scotchbond Universal Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA).



Figura 8. Aplicação de ácido ortofosfórico, durante 15 segundos.



Figura 9. Lavagem do ácido com água.



Figura 10. Aplicação do adesivo, friccionando durante 20 segundos.



Figura 11. Jato de ar para permitir a evaporação do solvente.



Figura 12. Fotopolimerização do adesivo durante 10 segundos.



Figura 13. Fotopolimerizador (Elipar S10, 3M ESPE, Seefeld, Germany) e Radiômetro (Curing Radiometer P/N 10503, USA).



Figura 14. Resina composta ENAMEL plus HRi (Micerium S.p.A. Avegno GE Italy).

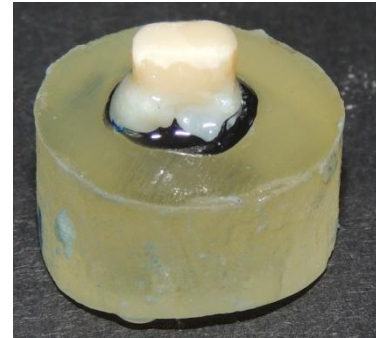


Figura 15. Aplicação de três incrementos de 2 mm de resina composta.



Figura 16. Armazenamento em água numa estufa de incubação a 37°, durante 24h.

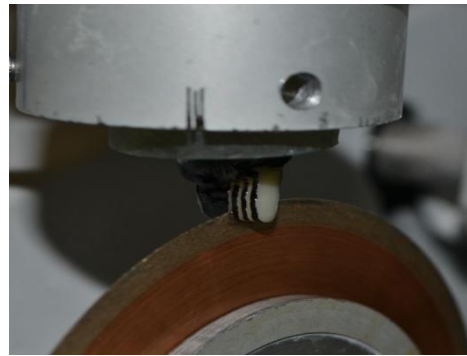


Figura 17. Secção dos dentes, nos eixos x e y.



Figura 18. Palitos ainda no suporte de acrílico.



Figura 19. Palitos com aproximadamente 1 mm² de área.

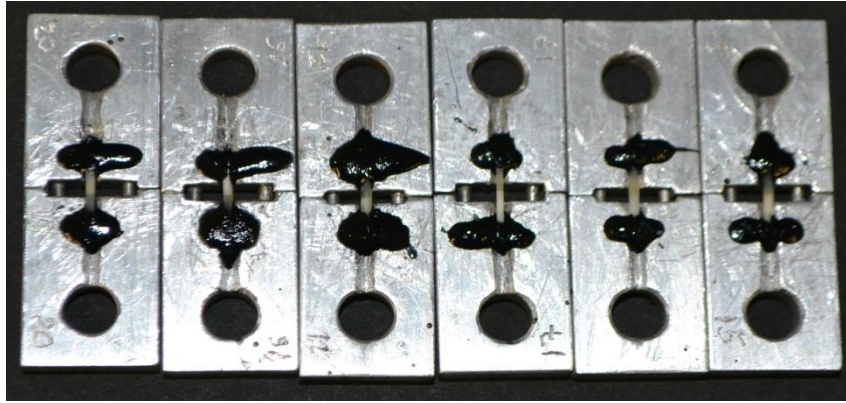


Figura 20. Palitos colados nos Gig de Geraldeli com cola de cianoacrilato.



Figura 21. Gig de Geraldeli na máquina de teste universal (Instron, 4500).



Figura 22. Craveira digital (Ficher Darex ®, France).



Figura 23. Microscópio ótico (Nikon, Japan) para observação da zona de fratura dos espécimes.

ANEXO B – INSTRUÇÕES DO FABRICANTE: Scotchbond Universal Adhesive, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA

Estratégia *Etch-and-Rinse*

Aplicar um gel de condicionamento comum com 35% de ácido fosfórico, p. ex. Scotchbond Universal Etchant, sobre os esmalte preparado e não preparado (se for o caso) e deixar atuar durante 15 segundos.

Em seguida, lavar bem com água, e secar com ar isento de humidade e óleo ou com pontas de algodão, sem ressequeir.

Utilizando o aplicador descartável, aplicar o adesivo em toda a substância dentária e pressioná-lo (massajando) durante aproximadamente 20 segundos. Evitar o contacto do adesivo com as mucosas da boca.

Se necessário, voltar a humedecer o aplicador descartável durante o tratamento.

Em seguida, aplicar um sopro de ar leve sobre o líquido durante 5 segundos, até que este deixe de evidenciar movimento e o solvente se tenha evaporado completamente.

Polimerizar o adesivo durante 10 segundos, com uma unidade comum de polimerização por luz.

Estratégia *Etch-and-Dry*

Utilizando o aplicador descartável, aplicar o adesivo em toda a substância dentária e pressioná-lo (massajando) durante aproximadamente 20 segundos. Evitar o contacto do adesivo com as mucosas da boca.

Se necessário, voltar a humedecer o aplicador descartável durante o tratamento.

Em seguida, aplicar um sopro de ar leve sobre o líquido durante 5 segundos, até que este deixe de evidenciar movimento e o solvente se tenha evaporado completamente.

Polimerizar o adesivo durante 10 segundos, com uma unidade comum de polimerização por luz.